

**UJI KEMAMPUAN MEMBRAN SELULOSA- Na_2EDTA DARI
LIMBAH KULIT JAGUNG DALAM MENGIKAT ION LOGAM Pb^{2+}
PADA LARUTAN $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$**

***CAPABILITY TEST OF SELULOSA- Na_2EDTA MEMBRANE MADE
OF WASTE CORN HUSK IN Pb^{2+} METAL ION BINDING FROM $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$
SOLUTION***

**Laurencia Maylina Sugijopranoto, Bekti Nugraheni, Rohmatun Nafi'ah
Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi "Yayasan Pharmasi" Semarang**

SARI

Perkembangan teknologi dan kemajuan sektor industri meningkatkan jumlah limbah logam berat, misalnya logam Pb^{2+} . Membran merupakan teknologi pemisahan yang sedang berkembang saat ini dan dapat dimanfaatkan untuk memisahkan senyawa logam pada limbah. Salah satu bahan untuk pembuatan membran yaitu selulosa. Modifikasi selulosa dengan Na_2EDTA bertujuan untuk meningkatkan kemampuan selulosa untuk mengikat ion logam Pb^{2+} . Tujuan penelitian adalah untuk mengetahui adanya kemampuan membran selulosa- Na_2EDTA dari limbah kulit jagung untuk mengikat ion logam Pb^{2+} dan untuk mengetahui adanya perbedaan kemampuan antara membran selulosa murni dengan membran selulosa- Na_2EDTA dalam mengikat ion logam Pb^{2+} pada larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$. Selulosa diperoleh dengan mengisolasi senyawa selulosa dari serbuk kulit jagung yang telah melalui proses *dewaxing*. Selulosa dimodifikasi dengan menggunakan Na_2EDTA sejumlah 50, 52 dan 54 mg dengan diaktivasi menggunakan H_2SO_4 2 M. Membran diidentifikasi secara kualitatif menggunakan spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dan secara kuantitatif menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) pada pengujian kemampuan pengikatan ion logam Pb^{2+} dengan konsentrasi awal larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 5 ppm. Membran selulosa- Na_2EDTA memiliki kemampuan dalam mengikat ion logam Pb^{2+} dengan adanya penurunan konsentrasi logam Pb^{2+} dalam larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$. Persentase kemampuan pengikatan ion logam Pb^{2+} yang paling besar ditunjukkan oleh membran selulosa yang dimodifikasi dengan Na_2EDTA 54 mg yaitu sebesar 77,5%.

Kata kunci : limbah kulit jagung, membran selulosa- Na_2EDTA , persentase kemampuan pengikatan ion logam Pb^{2+} , FTIR, SSA.

ABSTRACT

Technological development and industrial growth causing increase of the waste heavy metals amount, for example Lead metal (Pb^{2+}). Membrane is a separation technology and now it is growing as a great technology to separate the metallic compound in wastes. One of substances that can be used to make a membrane is cellulose. Modification of cellulose with Na_2EDTA aimed to increase

the cellulose capability to bind the Pb^{2+} metal ion. The purpose of this research are to determine the capability of cellulose- Na_2EDTA membrane made of waste corn husk to bind the Pb^{2+} metal ion and determine the difference of capability between cellulose membran and cellulose- Na_2EDTA membrane in Pb^{2+} metal ion binding from $Pb(NO_3)_2$ solution. Cellulose obtained from corn husk powder that have passed the dewaxing process. Cellulose modified by using 50, 52 and 54 mg Na_2EDTA and activated using H_2SO_4 2 M. Qualitative identification of membrane use the spectrophotometer Fourier Transform Infrared (FTIR) and quantitatively use the Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) on the Pb^{2+} metal ion binding capability test with the initial concentration of $Pb(NO_3)_2$ solution is 5 ppm. Cellulose- Na_2EDTA membrane has the capability to bind Pb^{2+} metal ion by the reduced of Pb^{2+} metal concentrations in $Pb(NO_3)_2$ solution. The biggest percentage of Pb^{2+} metal ion binding capability were represented by cellulose-54 mg Na_2EDTA membrane is 77.5%.

Keywords : waste corn husk, cellulose- Na_2EDTA membrane, percentage of Pb^{2+} metal ion binding capability, FTIR, AAS.

PENDAHULUAN

Perkembangan teknologi dan kemajuan bidang pertanian dan industri pertanian di Indonesia telah menimbulkan peningkatan limbah pertanian, salah satunya limbah tanaman jagung. Menurut Anggraeny dkk. (2006 : 152), nilai proporsi limbah jagung bervariasi yaitu proporsi batang antara 55,38 – 62,29%, proporsi daun antara 22,57 – 27,38% dan proporsi klobot antara 11,88 – 16,41%.

Kandungan kulit jagung terdiri dari selulosa 36,81%; abu 6,04%; lignin 15,7%; dan hemiselulosa 27,01% (Ningsih, 2012). Selulosa merupakan bahan dasar membran ultrafiltrasi yang sekarang banyak

dikembangkan. Keunggulan selulosa dibandingkan senyawa lain dalam pembuatan membran yaitu senyawa selulosa tersebar secara luas di alam, murah, jumlahnya melimpah, mudah diperoleh, dan dapat mengembang di air. Namun, serat selulosa yang belum dimodifikasi memiliki kemampuan adsorpsi logam berat yang rendah.

Pada umumnya, modifikasi struktur selulosa dilakukan untuk meningkatkan sifat fisik dan ketahanan selulosa terhadap bahan-bahan kimia (Fengel, 1995). Pada penelitian ini, digunakan senyawa dinatrium etilendiamintetraasetat (Na_2EDTA) untuk memodifikasi membran selulosa karena Na_2EDTA

dapat membentuk senyawa kompleks yang stabil dengan logam berat.

Logam timbal (Pb^{2+}) merupakan salah satu logam berat yang cukup berbahaya. Masuknya Pb ke dalam tubuh manusia melalui air minum, makanan atau udara dapat menyebabkan gangguan pada organ seperti gangguan neurologi (syaraf), ginjal, sistem reproduksi, sistem hemopoitik serta sistem syaraf pusat (otak) terutama pada anak yang dapat menurunkan tingkat kecerdasan (Widowati, 2008). Berdasarkan hal di atas, maka penelitian ini melakukan modifikasi pada membran selulosa dari limbah kulit jagung dengan Na_2EDTA untuk memperoleh daya kemampuan pengikatan ion logam Pb^{2+} yang lebih baik.

METODE PENELITIAN

Objek dalam penelitian adalah kemampuan pengikatan logam Pb^{2+} dalam larutan $Pb(NO_3)_2$ oleh membran selulosa murni dan membran selulosa modifikasi dari limbah kulit jagung serta karakteristik struktur morfologi dari selulosa murni dan selulosa yang telah dimodifikasi dengan Na_2EDTA .

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah kulit jagung yang diperoleh dari penjual jagung bakar di daerah Telaga Mas, Tanah Mas, Semarang Utara, etanol 96%, toluena *gradeteknis*, pelarut aqua demineral, natrium hidroksida 1% b/v , natrium hipoklorit 1% dan 3% v/v , asam klorida 5% v/v , asam sulfat 2 M, kalium bromida, dinatrium etilendiamin tetraasetat 50, 52 dan 54 mg, dan timbal nitrat.

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) PerkinElmer PinAAcle 900 F, spektrofotometer FT-IR PerkinElmer 96772, neraca digital dan analitik Oshika dan Shimadzu, mikrometer sekrup Krisbrow, rangkaian alat soxhlet, *magnetic stirrer* HANNA Instruments dan Labinco, *hotplate+stirrer* Labinco, *waterbath*, penggiling tepung, almari pengering, ayakan no mesh 50, alat-alat gelas Pyrex dan Herma, kertas saring, pH universal, termometer, cawan petri, cetakan plastik, mika, dan vial.

Limbah kulit jagung dicuci bersih dengan air mengalir,

dikeringkan di bawah sinar matahari selama 3 hari dan dibuat serbuk halus menggunakan mesin penggiling tepung lalu diayak menggunakan ayakan no mesh 50. Serbuk kulit jagung ditimbang sebanyak 50 gram lalu dilakukan proses ekstraksi dengan metode *soxhletasi* sebagai proses *dewaxing* menggunakan pelarut etanol 96%:toluena dengan perbandingan 1:2 selama 3,5 jam dengan suhu 100°C.

Kemudian serbuk kering kulit jagung dilakukan proses pemutihan (*bleaching*) menggunakan larutan NaClO 3% b/v sebanyak 500 mL dan dipanaskan diatas *waterbath* dengan suhu 80°C selama 2 jam sambil diaduk-aduk. Lalu dihidrolisis menggunakan larutan NaOH 1% b/v sebanyak 500 mL dan dipanaskan dengan suhu 60°C selama 2 jam, disaring, dicuci residu dengan aqua demineral sampai pH netral. Dilakukan proses pemutihan akhir dengan larutan NaClO 1% b/v sebanyak 500 mL pada suhu 75°C selama 3 jam sambil sesekali diaduk, disaring dan residu memasuki tahap akhir yaitu dihidrolisis dengan katalis HCl 5% v/v sebanyak 500 mL

selama 6 jam pada suhu 65°C. Padatan disaring dan dicuci dengan aqua demineral sampai pH netral dengan menggunakan kertas saring. Serbuk selulosa murni dikeringkan dalam almari pengering.

Proses pembuatan membran terdiri dari dua tahap yaitu pembuatan membran selulosa murni dan membran selulosa-Na₂EDTA. Pembuatan membran selulosa murni dilakukan dengan menimbang 2 gram selulosa, ditambahkan dengan aqua demineral 20 mL dan diaduk homogen menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam. Sedangkan pembuatan membran selulosa-Na₂EDTA dilakukan dengan menimbang 2 gram selulosa, ditambahkan 20 mL asam sulfat 2 M dan diaduk homogen selama 30 menit sambil dipanaskan diatas *hot plate stirrer* suhu 45°C. Campuran tadi ditambahkan Na₂EDTA sebanyak 50, 52 dan 54 mg, diaduk homogen selama 20 menit menggunakan *magnetic stirrer*. Kedua jenis membran dituang ke dalam cawan petri yang sudah diberi cetakan plastik berdiameter 7,5 cm.

Kemudian dikeringkan dalam almari pengering sampai kering.

Pengujian kemampuan membran selulosa murni dan membran selulosa- Na_2EDTA dalam mengikat logam Pb^{2+} dilakukan dengan menggunakan bantuan corong *buchner*. Larutan uji yang mengandung logam Pb^{2+} konsentrasi 5 ppm sebanyak 20 mL dimasukkan ke dalam buret dan dialirkan perlahan-lahan selama 30 menit. Filtrat hasil penyaringan dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom pada panjang gelombang 283,31 nm. Selain itu dilakukan identifikasi secara kualitatif dari membran selulosa murni dan membran selulosa- Na_2EDTA dengan menggunakan spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR).

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

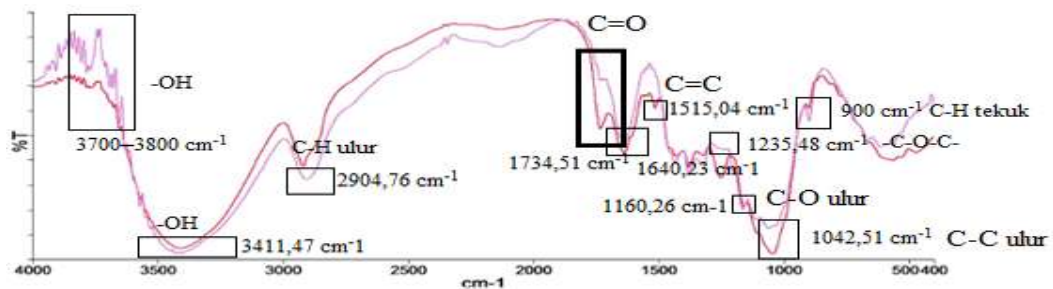
Proses ekstraksi *soxhletasi* berfungsi untuk menyari kandungan lilin atau lemak (proses *dewaxing*) dan menghilangkan senyawa-senyawa ekstraktif yang terkandung dalam serbuk kulit jagung (senyawa metabolit sekunder selain senyawa lignin, hemiselulosa dan selulosa)

(Thiripura dan Ramesh, 2012). Warna hijau kekuningan pada larutan penyari menandakan bahwa senyawa lilin atau lemak dan senyawa metabolit sekunder sudah tersari dengan sempurna.

Tahap awal proses isolasi yaitu pemutihan (*bleaching*) menggunakan larutan NaClO yang berfungsi untuk menghilangkan senyawa hemiselulosa dan lignin. Proses hidrolisis menggunakan larutan NaOH bertujuan untuk menghilangkan senyawa hemiselulosa. Pada proses ini, terjadi perubahan warna dari larutan yang awalnya tidak berwarna menjadi berwarna coklat tua dan pekat yang disebabkan karena lignin dan hemiselulosa yang terkandung dalam serbuk kulit jagung telah berhasil terdegradasi menjadi monomernya dan telah larut dalam NaOH (Wafiroh dan Abdulloh, 2012: 40). Proses pemutihan akhir dengan NaClO bertujuan untuk menghilangkan sisa-sisa lignin yang masih terkandung dalam serbuk kulit jagung. Proses hidrolisis akhir dengan HCL berfungsi untuk memastikan bahwa lignin yang ada pada serbuk

kulit jagung telah benar-benar terpisah dari selulosa. Proses penetralan dilakukan untuk menghilangkan sisa basa dan sisa asam berlebih dari serbuk.

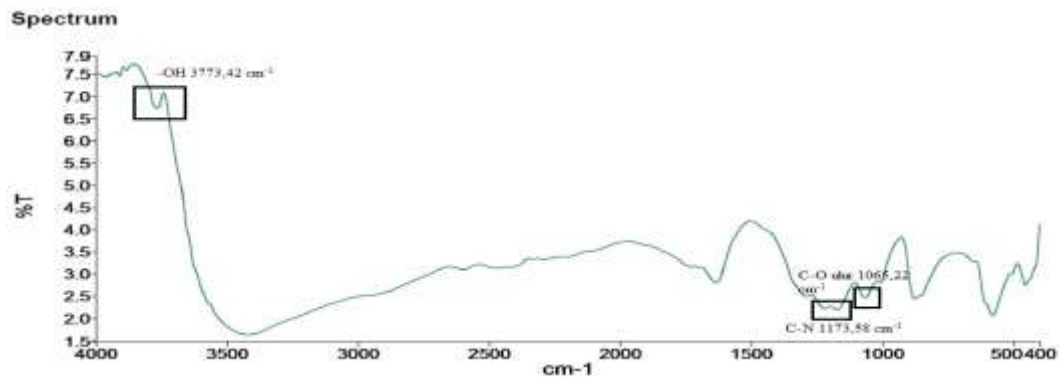
Analisis FTIR dilakukan pada dua jenis serbuk sampel yaitu serbuk kulit jagung awal dan serbuk selulosa dari hasil proses isolasi serta pada serbuk selulosa hasil modifikasi. Berikut hasil spektrum FTIR :



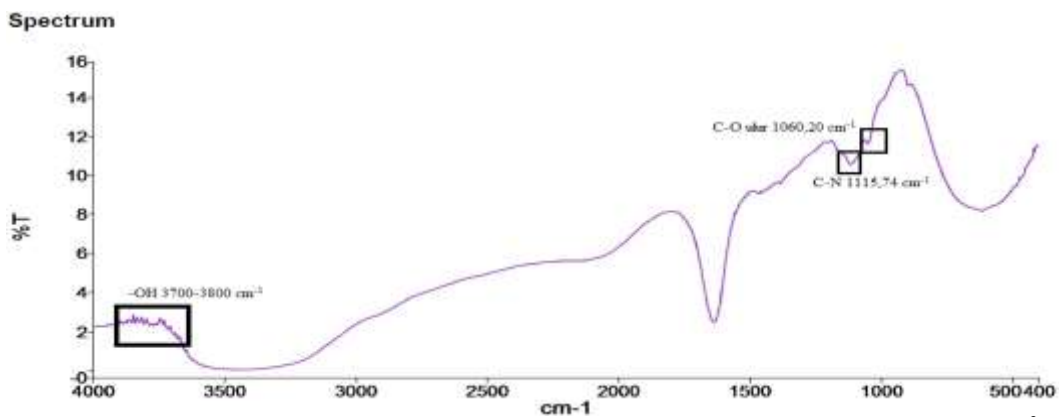
Gambar 1. Spektrum FTIR serbuk kulit jagung (merah) dan serbuk isolat selulosa (ungu)

Pada gambar 1 munculnya puncak pada bilangan gelombang $1734,51\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan puncak yang khas untuk kelompok gugus asetil dan ester pada hemiselulosa dan rantai gugus asam karboksil pada kelompok *ferulic* dan *p-koumaril* pada lignin. Kelompok puncak ini memang akan ditunjukkan pada spektra yang terdapat di sekitar 1700 cm^{-1} , yang akan ditandai

dengan gugus C=O (Alemdar, 2008). Terdapat pula puncak C=C pada bilangan gelombang $1515,04\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan gugus penyusun cincin aromatik lignin yang mempertegas bahwa pada serbuk kulit jagung awal masih terdapat senyawa pengotor (Rachmawaty dkk., 2013: 11). Spektrum lainnya merupakan spektrum yang khas untuk senyawa selulosa.



Gambar 2. Spektrum selulosa modifikasi sebelum dinetralkan



Gambar 3. Spektrum selulosa modifikasi setelah dinetralkan dan diuji dengan logam Pb^{2+}

Munculnya puncak pada bilangan gelombang sekitar 1100 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus C-N alifatik ulur yang merupakan gugus yang khas dari Na_2EDTA . Sedangkan munculnya puncak pada bilangan gelombang sekitar 1050 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus C-O ulur dan pada bilangan gelombang sekitar $3600\text{--}3800\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus -OH yang merupakan gugus yang khas dari selulosa. Berdasarkan hasil analisis FTIR di atas maka dapat disimpulkan bahwa

proses isolasi dan modifikasi berhasil dilakukan.

Tahapan selanjutnya yaitu pengujian kemampuan pengikatan logam Pb^{2+} dari membran selulosa tanpa modifikasi dan selulosa modifikasi menggunakan larutan uji $Pb(NO_3)_2$ dengan konsentrasi 5 ppm. Dari hasil pengujian dapat diketahui persentase kemampuan pengikatan dari membran selulosa tanpa modifikasi dan selulosa- Na_2EDTA dengan menggunakan rumus :

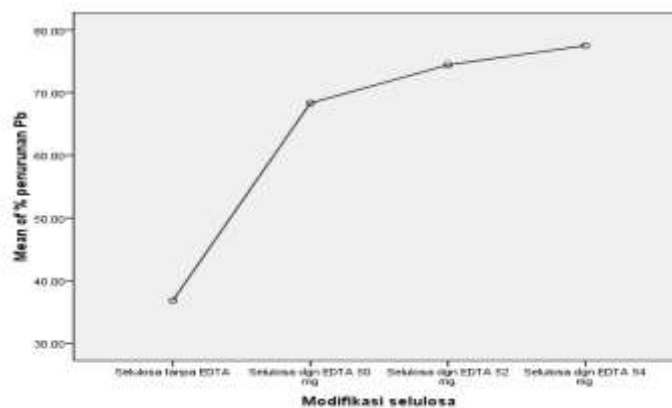
$$\% \text{ Kemampuan pengikatan Pb} = \frac{C_0 - C_1}{C_0} \times 100\%$$

Tabel 1. Hasil perhitungan persentase kemampuan pengikatan logam Pb²⁺ (%)

Selulosa Non Modifikasi	Selulosa-Na ₂ EDTA		
	50 mg	52 mg	54 mg
36,48	68,37	74,52	77,49
36,73	69,14	74,49	78,22
37,23	68,55	74,08	77,16
37,21	67,88	74,60	77,87
36,36	67,68	74,38	76,76
Rata-rata = 36,80	68,32	74,41	77,5

Berdasarkan hasil perhitungan persentase kemampuan pengikatan logam Pb²⁺ membran selulosa-Na₂EDTA yang mengandung 52 dan 54 mg Na₂EDTA mampu mengikat logam Pb²⁺ sebanyak lebih dari dua kalinya kemampuan membran

selulosa tanpa modifikasi. Dari hasil perhitungan persentase kemampuan pengikatan ion logam Pb²⁺ dibuat grafik hubungan antara konsentrasi Na₂EDTA yang ditambahkan dengan persentase kemampuan pengikatan ion Pb²⁺.

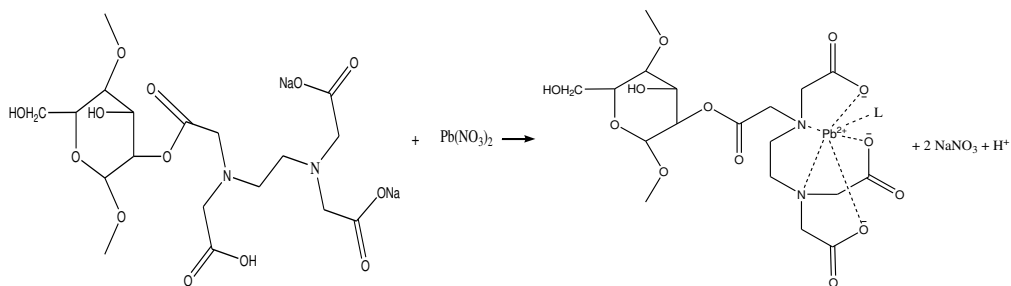
**Gambar 4. Grafik konsentrasi Na₂EDTA dengan persentase kemampuan pengikatan**

Dari hasil analisis statistika anava satu jalan dan pasca anavamenunjukkan adanya perbedaan bermakna antara membran selulosa murni dengan membran selulosa-Na₂EDTA dan adanya perbedaan

antara ketiga membran selulosa-Na₂EDTA. Membran selulosa-Na₂EDTA yang paling baik yaitu membran dengan jumlah Na₂EDTA 54 mg dengan rata-rata kemampuan pengikatan ion logam Pb²⁺ yaitu

77,5%. Hal ini disebabkan oleh jumlah situs aktif pada membran selulosa- Na_2EDTA 54 mg lebih banyak, ikatan yang terbentuk antara ion logam Pb^{2+} dengan membran selulosa- Na_2EDTA lebih stabil karena ion logam Pb^{2+} memiliki konstanta stabilitas yang lebih besar yaitu 18,3 dari pada Na^+ hanya 1,7 (Flora dan Pachauri, 2010 : 2747)

sehingga afinitasnya lebih besar dan bisa menggantikan posisi Na^+ dalam membentuk kelat dan terbentuk senyawa kompleks yang stabil yaitu cincin kelat dengan 6 sudut. Mekanisme pembentukan senyawa kompleks antara ion logam Pb^{2+} dengan membran selulosa- Na_2EDTA yang terlihat pada gambar:



Gambar 5.Reaksi pembentukan kompleks antara logam Pb^{2+} dengan membran selulosa- Na_2EDTA

KESIMPULAN

1. Membran selulosa- Na_2EDTA dari limbah kulit jagung memiliki kemampuan dalam mengikat logam Pb^{2+} dalam larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ yang ditunjukkan dengan adanya penurunan kadar logam Pb^{2+} pada larutan uji.
2. Ada perbedaan kemampuan antara membran selulosa murni dengan membran selulosa-

Na_2EDTA dalam mengikat logam Pb^{2+} dalam larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, membran selulosa- Na_2EDTA memiliki kemampuan pengikatan logam Pb^{2+} lebih besar dari pada membran selulosa murni.

SARAN

1. Perlu dilakukan pengujian ukuran partikel dari serbuk selulosa murni dan serbuk selulosa- Na_2EDTA .

2. Perlu dilakukan pengujian kemampuan membran selulosa yang dimodifikasi dengan surfaktan kationik seperti senyawa amonium kuartener untuk mengikat limbah bahan obat atau senyawa dalam bentuk anion serta diteliti waktu kontak antara membran dan larutan uji yang optimal.
3. Perlu dilakukan penelitian pengaruh variasi pada pelarut seperti NaOH atau aseton saat pembuatan membran selulosa- Na_2EDTA .
4. Perlu dilakukan penelitian mengenai aplikasi kemampuan membran selulosa- Na_2EDTA dalam mengikat ion logam Pb^{2+} pada limbah industri.

UCAPAN TERIMA KASIH

Puji syukur kepada Tuhan penulis panjatkan karena atas bimbingan-Nya, penulis dapat menyelesaikan penelitian ini. Penulis ucapkan terima kasih kepada Bekti Nugraheni, M.Sc., Apt., dan Rohmatun Nafi'ah, S.Pd., M.Sc., atas segala waktu, arahan, motivasi, dan nasihat yang diberikan dalam

menyelesaikan penelitian ini. Ucapan terima kasih juga disampaikan kepada Achmad Wildan, S.T., M.T., dan Drs. Agus Suprijono, M.Kes., Apt., atas saran dan masukan yang diberikan untuk penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Anggraeny, Y.N., Umiyasih, U., dan Krishna, N.H. 2006. Potensi Limbah Jagung Siap Rilis sebagai Sumber Hijauan Sapi Potong dalam *Pros. Lokakarya Nasional Jejaring Pengembangan Sistem Integrasi Jagung – Sapi*. Bogor : Puslitbang Peternakan.
- Junior, O.K., Gurgel, L.V.A., dan Gil, L.F. 2009. Removal of Ca(II) and Mg(II) from Aqueous Single Metal Solutions by Mercerized Cellulose and Mercerized Sugarcane Bagasse Grafted with EDTA Dianhydride (EDTAD). *Carbohydrate Polymers*. (79): 184-191.
- Ningsih, E.R. 2012. *Uji Kinerja Digester pada Proses Pulping Kulit Jagung dengan Variabel Suhu dan Waktu Pemasakan*. Semarang : Universitas Diponegoro Press.
- Putera, R.D.H. 2012. Ekstraksi Serat Selulosa dari Tanaman Enceng Gondok (*Eichhornia crassipes*) dengan Variasi Pelarut. *Skripsi*. Depok:

- Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
- Rachmawaty, R., Meriyani, M., dan Priyanto, S. 2013. Sintesis Selulosa Diasetat dari Enceng Gondok (*Eichhornia crassipes*) dan Potensinya Untuk Pembuatan Membran. *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*. **2**. (3): 8-16.
- Susatyo, E.B., dan N. Nurhayati. 2013. Sintesis Membran Nata *Aloe vera*-Etilendiamin dan Karakterisasinya. *Jurnal MIPA*. **36**. (1) : 70-77.
- Thiripura, M. dan Ramesh, A. 2012. Isolation and Characterization of Cellulose Nanofibers from The Equatic Weed Water Hyacinth- *Eichhornia crassipes*. *Journal of Carbohydrate Polymers*. (87): 1701-1705.
- Wafiroh, S. dan Abdulloh. 2012. Pemanfaatan Selulosa Diasetat dari Biofiber Limbah Pohon Pisang dan Kitosan dari Cangkang Udang sebagai Bahan Baku Membran Mikrofiltrasi untuk Pemurnian Nira Tebu. *Prosiding Seminar Nasional Kimia Unesa*. Surabaya: Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga.
- Widowati, W., Sastiono, A., dan Raymond R., J. 2008. *Efek Toksik Logam Pencegahan dan Penanggulangan Pencemaran*. Yogyakarta : ANDI.